

DIALOG(R)File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat

(c) 2003 EPO. All rts. reserv.

9948612

Basic Patent (No,Kind,Date): EP 432536 A2 19910619 <No. of Patents: 009>

MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND METHOD FOR MAKING IT (English;  
French; German)

Patent Assignee: MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD (JP)

Author (Inventor): MURAI MIKIO (JP); TAKAHASHI KIYOSHI (JP); ODAGIRI MASARU  
(JP); KAI YOSHIKI (JP); SUZUKI TAKASHI (JP); KUNIEDA TOSHIKI (JP)

Designated States : (National) DE; FR; GB

IPC: \*G11B-005/72;

Derwent WPI Acc No: C 91-179443

Language of Document: English

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date	
DE 69022826	C0	19951109	DE 69022826	A	19901122	
DE 69022826	T2	19960307	DE 69022826	A	19901122	
EP 432536	A2	19910619	EP 90122297	A	19901122	(BASIC)
EP 432536	A3	19911106	EP 90122297	A	19901122	
EP 432536	B1	19951004	EP 90122297	A	19901122	
<b>JP 3224132</b>	A2	19911003	JP 90286197	A	19901023	
JP 95021858	B4	19950308	JP 90286197	A	19901023	
US 5182132	A	19930126	US 621464	A	19901203	
US 5443888	A	19950822	US 174685	A	19931228	

Priority Data (No,Kind,Date):

JP 89321698 A 19891211

JP 89321698 A1 19891211

US 174685 A 19931228

US 956106 B1 19921002

US 621464 A3 19901203

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2003 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

03561232     \*\*Image available\*\*

**MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS PRODUCTION**

PUB. NO.:     **03-224132** [JP 3224132 A]

PUBLISHED:     October 03, 1991 (19911003)

INVENTOR(s):   MURAI MIKIO

                 TAKAHASHI KIYOSHI

                 ODAGIRI MASARU

                 KAI YOSHIAKI

                 SUZUKI TAKASHI

                 KUNIEDA TOSHIAKI

APPLICANT(s): MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD [000582] (A Japanese Company  
                 or Corporation), JP (Japan)

APPL. NO.:     02-286197 [JP 90286197]

FILED:           October 23, 1990 (19901023)

INTL CLASS:     [5] G11B-005/84; G11B-005/72

JAPIO CLASS:   42.5 (ELECTRONICS -- Equipment)

JAPIO KEYWORD: R004 (PLASMA); R101 (APPLIED ELECTRONICS -- Video Tape  
                 Recorders, VTR); R138 (APPLIED ELECTRONICS -- Vertical  
                 Magnetic & Photomagnetic Recording)

JOURNAL:        Section: P, Section No. 1293, Vol. 15, No. 515, Pg. 141,  
                 December 27, 1991 (19911227)

**ABSTRACT**

**PURPOSE:** To improve durability of a diamond-like carbon film by continuously forming the diamond-like carbon film by plasma CVD method from hydrocarbon of >3 carbon number as the source material in a 80 Hz - 200 kHz frequency with over +500 V peak voltage.

**CONSTITUTION:** On a substrate 10 having a projection layer 9, a ferromagnetic metal thin film 8 is formed, and further a plasma polymerization film 7, diamond-like carbon film 6 and lubricant layer 5 are successively formed. The back surface of the substrate is covered with a back coating layer 11. This diamond-like carbon film is continuously formed by plasma CVD method from hydrocarbon of >3 carbon number as the source material in a 80 Hz - 200 kHz frequency with over +500 V peak voltage. By this method, the diamond-like carbon film can be obtained at a massproductive deposition rate of 180 angstroms /s to 200 angstroms /s without causing abnormal discharge. The obtained magnetic recording medium has a diamond-like carbon film of high durability.

⑩ 日本国特許庁(J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-224132

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

G 11 B 5/84  
5/72

識別記号

B

庁内整理番号

7177-5D  
7177-5D

⑭ 公開 平成3年(1991)10月3日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全8頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体およびその製造方法

⑯ 特 願 平2-286197

⑰ 出 願 平2(1990)10月23日

優先権主張

⑱ 平1(1989)12月11日 ⑲ 日本(J P) ⑳ 特願 平1-321698

① 発 明 者	村 居 幹 夫	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
② 発 明 者	高 橋 喜 代 司	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
③ 発 明 者	小 田 桐 優	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
④ 発 明 者	貝 義 昭	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑤ 発 明 者	鈴 木 貴 志	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑥ 発 明 者	国 枝 敏 明	大阪府門真市大字門真1006番地	松下電器産業株式会社内
⑦ 出 願 人	松下電器産業株式会社	大阪府門真市大字門真1006番地	
⑧ 代 理 人	弁理士 小 鍛 治 明	外 2 名	

明 細 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 非磁性基板上に強磁性金属薄膜を形成し、この磁性層上にプラズマ重合膜、ダイヤモンド状炭素膜さらに潤滑剤層をこの順に設けた磁気記録媒体の製造方法において、前記ダイヤモンド状炭素膜を、80Hzから200kHzの周波数、プラス500ボルト以上のピーク電圧で、炭素数3以上の炭化水素を原料としたプラズマCVD法により連続的に成膜することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

(2) 炭化水素とともにヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、ラドンより選ばれた1種類の不活性ガスを混合してダイヤモンド状炭素膜を形成する請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

(3) ダイヤモンド状炭素膜を、80Hzから200kHzの周波数、プラス500ボルト以上のピーク電圧とピーク電圧の20~70%のプラスのDC電圧とを重

畳した電圧条件下でのプラズマCVD法により成膜することを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

(4) 非磁性基板上に強磁性金属薄膜を形成し、この磁性層上にプラズマ重合膜、ダイヤモンド状炭素膜及び潤滑剤層をこの順序で設けた磁気記録媒体において、前記潤滑剤層が融点5℃以下の含フッソアルキルカルボン酸エステルまたは融点50℃から90℃の含フッソアルキルカルボン酸のどちらかであることを特徴とする磁気記録媒体。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は強磁性金属薄膜を磁気記録層とする磁気記録媒体に関するものであり、特に0℃から50℃の各種湿度環境でのスチルライフ向上と耐久走行後のヘッド汚れのない磁気テープやフロッピーディスク、磁気ディスクに適用することができる従来の技術。

強磁性金属薄膜を磁気記録層とする磁気記録媒体においては、様々な方法により磁気テープのス

チル耐久性や走行耐久性の向上、磁気ディスクのCSS特性の向上が続けられてきた。たとえば第1に金属薄膜上にカルボン酸やカルボン酸エステルの潤滑剤層を設ける。第2にSiO<sub>2</sub>等の非磁性保護膜を設ける。第3にカーボンやダイヤモンド状炭素膜と潤滑剤を組み合わせて用いる等である。

この第3の例としてダイヤモンド状炭素膜の製造方法については、米国特許第4645977号明細書、特開昭61-130487号公報、特開昭61-138678号公報、特開昭63-279426号公報、特開平1-166329号公報等に関示されている。これらの文献に記載された製造方法は、プラズマ放電管の中にDC電圧だけを加え、放電管の外に13.56MHzの高周波をかけたり、かけなかったりするものである。

このダイヤモンド状炭素膜と潤滑剤を組み合わすことで金属薄膜型磁気記録媒体のスチル耐久性は相当改善されたが、さらなるスチル耐久性の向上にはダイヤモンド状炭素膜の製造法の改良も含めて保護膜の耐久性を向上しなければならない。

米国特許第4833031号明細書、特開昭62-219314号公報、特開平1-245416号公報、特開平1-245417号公報等に関示されている。

これらの文献に記載の通り、潤滑剤とダイヤモンド状炭素膜を組み合わせるとスチル耐久性が飛躍的に向上するが、潤滑剤の選び方によっては記録再生後のヘッドの汚れが異常に多くなる場合がある。このヘッドの汚れとは、たとえばコンビヘッドの谷間やヘッド周辺部に潤滑剤やバックコート粉、および磁性粉が塗り固まって堆積したものである。これが多いと記録-再生時に流れてヘッドの目詰まり、信号の欠落を引き起こす。

ヘッド汚れの原因は潤滑剤とバックコート粉、磁性粉であるが、ダイヤモンド状炭素膜が設けると磁性粉がほとんど発生しないため潤滑剤がバックコート粉を固めることが主原因となっている。そのため、スチル耐久性が十分であり、かつヘッド汚れの少ない、つまりバックコートを固めにくい潤滑剤の開発が急務となっている。

さらに、上記の製造法ではメタンを炭素源としたダイヤモンド状炭素膜の堆積速度は20A/Sとかなり低く、これが生産を考えた場合の第1の問題点であった。この製造法で炭素数の多い炭化水素、たとえばプロパン、オクタンを使用すると堆積速度は60A/Sまでは向上するが、十分な硬度が得られずスチル耐久性が低下し、生産性と耐久性のバランスが取れなかった。

上記製造法での生産を考えた場合の第2の問題点は、成膜中、つまりプラズマ放電中に、第6図に示すように、定常よりも過大な電流が流れる異常放電現象が常に伴うことである。この現象は金属薄膜上に稲妻状の放電跡をのこし、その部分からは信号が得られないために磁気記録媒体としては致命的な欠陥である。

このように、ダイヤモンド状炭素膜の製造方法については基礎的には確立されているが、工業的に用いるためには多くの改良が必要である。

金属薄膜型磁気記録媒体の保護膜としてダイヤモンド状炭素膜と潤滑剤を用いることに関しては

#### 発明が解決しようとする課題

本発明は第1に金属薄膜型磁気記録媒体のさらなるスチル耐久性向上を可能とする保護層のダイヤモンド状炭素膜の耐久性を上げる製造方法を提供することを目的とする。さらに、本発明はダイヤモンド状炭素膜成膜時の異常放電をまったくなくし、ダイヤモンド状炭素膜の堆積速度を大幅に改善した量産的製造方法をも提供することを目的としている。

第2に金属薄膜型磁気記録媒体の各種環境でのスチル耐久性と走行後のヘッド汚れがないことを両立させた潤滑剤層の実現を目的とする。

#### 課題を解決するための手段

非磁性基板上に強磁性金属薄膜を形成し、この磁性層上にプラズマ重合膜、ダイヤモンド状炭素膜さらに潤滑剤層をこの順に設けた磁気記録媒体の製造方法において、前記ダイヤモンド状炭素膜を、80Hzから200kHzの周波数、プラス500ボルト以上のピーク電圧で、炭素数3以上の炭化水素を原料としたプラズマCVD法により連続的に成膜す

(3)

る。

また、非磁性基板上に強磁性金属薄膜を形成し、この磁性層上にプラズマ重合膜、ダイヤモンド状炭素膜及び潤滑剤層をこの順序で設けた磁気記録媒体において、前記潤滑剤層を融点5℃以下の含フッソアルキルカルボン酸エステル(Rf-R-COO-RまたはRf-R-COO-Rf, R-COO-Rf, R-Rf-COO-Rf, R-Rf-COO-R)か、融点50℃から90℃の含フッソアルキルカルボン酸(Rf-R-COOH, R-Rf-COOH)のどちらかとする作用

上記製造方法によれば、DCプラズマCVD法に比べて、硬く耐久性の良いダイヤモンド状薄膜が成膜中の異常放電もなく安定に、しかも180A/Sという量産性に適した堆積速度で得られる。

ところで、耐久走行後のヘッド汚れは、走行によりはがれ落ちた磁性粉やバックコート粉を潤滑剤が固めたものである。このヘッド汚れの多少は、測定環境より15℃程度高い温度での潤滑剤の溶解粘度に大きく影響され、粘度が高いほどヘッド汚れは多くなる。そこで、ヘッド汚れを少なくする

には、低湿環境での凝着によるスチル走行耐久性低下を防ぐためのフッ素原子を含んだ分子構造を前提とし、5℃から40℃程度の実使用温度において粘度が低い液体か、この温度範囲ではほとんど溶解しない固体である必要がある。上記の潤滑剤層はこれらの条件を満足し、スチル特性とヘッド汚れの両項目を両立させることが可能である。

#### 実施例

##### (1) 高硬度ダイヤモンド状炭素膜によるスチル特性向上

本発明における磁気記録媒体の構成は、第2図に示される。突起層9を有する基板10上に強磁性金属薄膜8が形成されている。その上には、プラズマ重合膜7、ダイヤモンド状炭素膜6、潤滑剤層5が順次形成され、裏面には、バックコート11が設けられている。従来、ダイヤモンド状炭素膜8はメタンとアルゴンの混合ガスを原料として、放電管内圧0.3Torrの条件でDCプラズマCVD法により成膜していた。その際第1図に示すように、磁性層1に電流を流して半導体的抵抗値の出側近

接ローラ3からアースにおとしている。電位的には、放電管2の電極をプラスとして800ボルトから4000ボルトの電圧を印加している。しかし、この方法では電圧を上昇していくと硬さが上昇→飽和→低下し、飽和レベルも低いので、ダイヤモンド状炭素膜8の耐久性のあるレベル以上には上げられなかった。さらに、成膜中の異常放電がかならず発生し、成膜速度も20A/Sと遅かった。

そこで、放電管内圧は0.3Torrとし、イソオクタンとアルゴンまたは、プロパンとアルゴン等の炭素数3以上の飽和あるいは不飽和炭化水素とアルゴンとの混合ガスを原料として周波数80Hzから200KHzピーク印加電圧をプラス500ボルト以上でプラズマ放電させるとDCプラズマCVD法よりも硬く、耐久性の良いダイヤモンド状炭素膜6が安定に量産的スピードで得られることが判明した。(室温で液体の材料は減圧導入あるいは加熱減圧導入した。)この硬度の上がったダイヤモンド状炭素膜6によりスチル耐久性を大幅に向上させることができる。また、同じようにして80Hzから200KHzの

周波数でプラス500ボルト以上の電圧、たとえばプラス4000ボルトでプラズマ放電させながらプラス1000ボルトから2500ボルトのDC電圧を重ねしても硬いダイヤモンド状炭素膜6が安定に量産的スピードで得られることも判明した。ちなみに、シリコンウェハー上に3μm厚に形成したダイヤモンド状炭素膜をマイクロピッカース法で測定したところ、DC法ではいくら電圧を上げて最高2700Kg/mm<sup>2</sup>であったが、本発明の方法によれば、3000Kg/mm<sup>2</sup>から3500Kg/mm<sup>2</sup>の膜が容易に得られた。以降は硬さという間接的指標でなく、スチル耐久性という直接的、実用的な評価指標での結果について示す。交流の周波数とスチルライフ(1/2インチMII VTR 23℃-10%)をプロットすると第3図のようになる。尚、第3図ではプラスのピーク電圧を2500ボルト、導入ガス圧を0.3Torrでの結果を示しているが、原料材料の種類をかえても電圧を500から4000ボルト、ガス圧を0.05Torrから0.8Torrまで変化させても周波数依存性は第3図と全く同様であった。

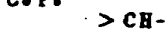
また 80 Hz から 200 KHz の交流だけを使うか、あるいは 80 Hz から 200 KHz の交流とこの交流電圧の 20 % から 70 % の直流電圧を重ねた本発明の製造方法においては、従来の技術で説明した P I - C V D 法という DC 電圧だけをプラズマ放電管内に印加し、この放電管の外部に 13.56 MHz の高周波をかけたか、かけなかったりする方法では必ず発生していた図-6のような異常放電はまったく発生せず、磁気記録媒体としての品質の劣化を伴わない。

さらに、本発明ではイソオクタンガスを用いた場合ダイヤモンド状炭素膜の堆積速度がメタンの 4 倍、80 A/S に達し、ベンゼン、トルエン、2、3-ジメチル-1、3-ブタジエンを用いると 180 A/S から 200 A/S とメタンの 10 倍にも達し量産上問題のないレベルである。しかも、膜の硬度も十分であった。この結果を第 1 表にまとめる。

(2) スチル耐久性が高く、耐久走行後のヘッド汚れが少ない金属薄膜型磁気記録媒体

ことを発明した。ここで、Rf はフロロアール末端基または炭素数 3 以上の直鎖あるいは分枝の飽和、不飽和のフロロアルキル末端基である。R は合計炭素数 10 以上のアルキレン付フェニレン基またはその誘導体、あるいは炭素数 10 以上の直鎖、分枝の飽和あるいは不飽和の脂肪族アルキレン基からなる炭化水素である。カルボン酸の融点が 90℃ 以上になると実使用環境で十分な潤滑効果が得られない。具体的に例を上げると、

Rf としては、たとえば



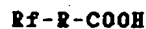
R としては、たとえば



耐久走行後のヘッド汚れは、走行によりはがれ落ちた磁性粉やバックコート粉を潤滑剤が固めたものである。このヘッド汚れの多少は、測定環境より 15℃ 程度高い温度での潤滑剤の溶融粘度に大きく影響され、粘度が高いほどヘッド汚れは多くなる。そこで、金属薄膜型磁気記録媒体のヘッド汚れを少なくするには、第一に低湿環境での凝着によるスチル走行耐久性低下を防ぐためにフッ素原子を含んだ潤滑剤の分子構造が必要になる。次に、5℃ から 40℃ 程度の実使用温度において粘度が低い液体か、この温度範囲ではほとんど溶融しない固体である必要がある。以上の結果より、我々は融点が 5℃ 以下の部分フッ素化アルキルカルボン酸エステル



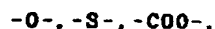
か融点が 50℃ から 90℃ の部分フッ素化アルキルカルボン酸



のどちらかを潤滑剤層に用いればスチル特性とヘッド汚れの両項目を両立させることが可能である



を上げることができる。フロロアルキル末端基またはフロロアール末端基と脂肪族アルキレン基またはアルキレン付フェニレン基とは直接あるいは下記の例のような各種結合基を介して結合した形をとる。



以下本発明の磁気記録媒体を磁気テープを例に上げて添付図面に基づいて説明する。なお、高硬度ダイヤモンド状炭素膜の製造方法はこの中で詳しく説明する。異常に大きな突起のない、表面粗さのコントロールされた 0.5 μm 厚のポリエチレンテレフタレート基板 10 の上面へ 100 Å の粒子径の微小粒子をその密度が 1 mm<sup>2</sup> 当り 10<sup>4</sup> ~ 10<sup>6</sup> 個になるようにコーティング法により突起層 9 を形成する。この上へ、真空蒸着法により酸素を導入しながら Co(80)-Ni(20) の強磁性金属薄膜 8 を 1800 Å の膜厚

で形成した後、バックコート層11を基板10の裏面側にコーティング法により $0.5\mu\text{m}$ の厚みで形成する。この金属薄膜8上へ真空度 $0.1\text{Torr}$ 、 $15\text{kHz}$ の周波数、500ボルトの電圧でシクロヘキサン又はイソオクタン等の環状または直鎖状の炭化水素を原料としてプラズマ重合膜7を $5\text{A}\sim 20\text{A}$ の膜厚で形成する。次にこのプラズマ重合膜7上へ炭素数3以上の飽和あるいは不飽和の直鎖あるいは分枝炭化水素または芳香族炭化水素だけ、あるいはこれら炭化水素とアルゴンとを原料とし、 $80\text{Hz}$ から $200\text{kHz}$ の周波数でプラス500ボルト以上のピーク電圧たとえば3000ボルトの条件でプラズマCVD法によりダイヤモンド状炭素膜6を $80\text{A}$ から $160\text{A}$ の厚さで連続的に成膜する。なお、炭化水素ガスの分子量が増えるほど高い電圧をかけないと十分な硬度は得られない。液体のものは減圧又は加熱減圧して導入した。放電管2内の圧力は $0.3\text{Torr}$ 程度で十分であり、アルゴン:炭化水素の混合割合は1:6から1:2が好ましい。 $200\text{kHz}$ 以上の周波数での特性は第3図に示したように好ましくない。原因

は理論的に説明されてはいないがイオンが基板に衝突する際の運動エネルギーが高い周波数では低下するためではないかと考えられる。このようにして成膜したダイヤモンド状炭素膜6はイソオクタンとアルゴンの混合系やベンゼンとアルゴンの混合系から成膜した場合でも共に、メタンとアルゴンを原料としたDCプラズマCVD法から成膜したものより耐久性の良いものが得られた。なお電位的には、第5図に示すように、放電管2内の電極に交流を印加し、金属薄膜磁気テープを半導体的抵抗値の近接ローラ3を介してアースにおとしている。なおチャンバー内は $1\times 10^{-4}\text{Torr}$ である。プラスのDC電圧を重ねする場合も同様であるが、交流で放電させてからDC電圧を加える。このダイヤモンド状炭素膜8上へ含フッソアルキルカルボン酸 $\text{C}_6\text{F}_{11}\text{OC}_2\text{H}_4(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$ を $20\text{A}$ から $50\text{A}$ の厚みになるように一般的なコーターで溶液に溶かして塗布するかあるいは有機蒸着法により潤滑剤層5を形成する。その後スリッターにより1/2インチに切断して作成した1/2インチ用金属薄膜

型磁気テープをMHVTRによりスチル特性を測定した。なおスチルライフは出力が $-3.0\text{dB}$ 低下した時点をもととした。その結果を第1表に示す。なお、サンプル1, 2, 3は比較のためにDCプラズマCVD法でダイヤモンド状炭素膜を製造したものであり、サンプル4, 5, 6, 7, 8は炭化水素とアルゴンによる製造方法、サンプル9, 10は炭化水素だけによる製造方法である。

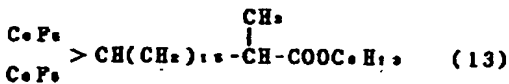
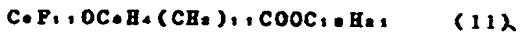
(以下余白)

第1表

No	製法		炭素源	23°C-10% 3分(分)	5°C-80% 3分(分)	堆積速度 (Å/S)
	周波数	電圧				
* 1	(DC)	800	メタン	30	20	20
* 2	(DC)	1000	メタン	40	30	20
* 3	(DC)	1400	メタン	50	30	40
4	120K	1000	メタン	80	30	80
5	1K	2000	メタン	100	50	60
6	80K	3000 (DC1000)	メタン	150	60	100
7	30K	4000 (DC2000)	2,3,7,8- 1,3,7,8-テトラフルオロベンゼン	150	60	180
8	20K	3000 (DC2000)	ベンゼン	140	60	180
9	5K	4000	メタン (不活性ガス)	90	50	70
10	80K	3000 (DC1500)	メタン (不活性ガス)	100	60	80

印は比較例

また DCプラズマCVD法と本発明との比較を第4図に示す。このデータは10KHzの周波数でゼロからのプラスピーク電圧は2500ボルト一定とした。用いたガスはイソオクタン:アルゴン=4:1で、放電内圧は0.3Torrである。尚、この特性も材料の種類、ガス圧、電圧によらず成膜ができる広範囲の条件で同様に確認された。周波数についても本願の80Hzから200KHzの範囲では第4図と同様であった。さらに周波数1KHzピーク電圧3000ボルトの条件で、イソオクタン:アルゴンを4:1とした原料ガスを0.3Torrの内圧により成膜したダイヤモンド状炭素膜6上へ潤滑剤として含フッソアルキルカルボン酸エステル、たとえば

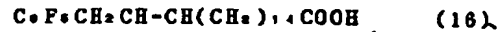
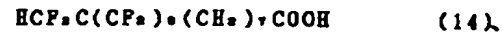


を40Åの厚みで設け、1/2インチの磁気テープとした。これらをそれぞれサンプル11、12、13

とした。

同様に、含フッソカルボン酸

たとえば、



を潤滑剤としたサンプルを14, 15, 16, 17, 18とした。これらサンプル11から18を23℃-70%の環境で30分長のテープをMII VTRにより300パスくり返し走行させた後のヘッド汚れを調べた。ヘッド汚れは数値化し、数値が大きいほど汚れがひどく、0から10までに分類した。また、これら300パス走行後のサンプル11から18の5℃-80%環境でのスチルライフも測定した。スチルライフは第1表と同じく出力が-3.0dB低下した時点を寿命とした。これらの結果を第2表に示す。以上の第1表と第4図第2表の結果をまとめると、次のことが明か

第2表 300パス走行後のヘッド汚れとスチル特性

No	潤滑剤		23℃-70% ヘッド汚れ	5℃-80% スチル(分)
	分子式	融点		
11	$\text{C}_6\text{F}_{11}\text{OC}_6\text{H}_4(\text{CH}_2)_7\text{COOC}_6\text{H}_5$	2℃	1	50
12	$\text{C}_6\text{F}_{11}(\text{CH}_2)_7\text{COOC}_6\text{H}_5$	20℃	5	55
13	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{C}_6\text{F}_5 > \text{CH}(\text{CH}_2)_7 - \text{CH} - \text{COOC}_6\text{H}_5 \\   \\ \text{C}_6\text{F}_5 \end{array}$	5℃	3	70
14	$\text{HCF}_2\text{C}(\text{CF}_3)_6(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	85℃	2	40
15	$\text{C}_6\text{F}_{11}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	80℃	2	40
16	$\text{C}_6\text{F}_5\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	50℃	2	70
17	$\text{C}_6\text{F}_5\text{O}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	110℃	6	30
18	$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5\text{CH} - \text{COOH} \\   \\ \text{C}_6\text{F}_5\text{OCO} \end{array}$	50℃	1	70

ある。すなわち、80Hzから200KHzの周波数を用い、500ボルト以上のピーク電圧だけまたはピーク電圧の20%~70%のDC電圧を重ねて炭素数3以上の種々の炭化水素だけまたは種々の炭化水素とアルゴンの混合比率を最適化してダイヤモンド状炭素膜を形成し、融点を想定した含フッソアルキルカルボン酸または含フッソアルキルカルボン酸エステルを潤滑剤として用いればスチル特性を向上し、耐久走行後のヘッド汚れをほとんどなくすることができる。

(以下余白)



(7)

以上のように本実施例ではポリエチレンテレフタレートを基板とした金属薄膜型の蒸着テープを例に上げて説明したが、他にもポリイミドを基板とした金属薄膜型の垂直テープやフロッピーディスクにもそのまま用いることができる。さらにはダイヤモンド状炭素膜の製法が連続式からバッチ式へ変化はするが磁気ディスクにも展開可能である。

#### 発明の効果

本発明の製造方法によれば、ダイヤモンド状炭素膜成膜中の異常放電もまったくなく、180 A/Sから200 A/Sという量産的堆積速度で耐久性の高い、改善されたダイヤモンド状炭素膜を備えた磁気記録媒体を実現できる。また本発明によれば、耐久走行後のヘッド汚れがほとんどない金属薄膜型磁気記録媒体が得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例における磁気記録媒体の製造方法に用いられるダイヤモンド状炭素膜製造装置の概要を示す断面図、第2図は本発明の

実施例における金属薄膜型磁気テープの概略的な断面図、第3図はプラズマ放電における周波数とスチルライフの関係を示すグラフ、第4図は、プラズマ放電に重畳するDC電圧とスチルライフの関係を示すグラフ、第5図は本発明による電気配線の例を示す図、第6図は従来のPI-CVD法でのダイヤモンド状炭素膜製造中に発生する異常放電の電流波形を示す波形図である。

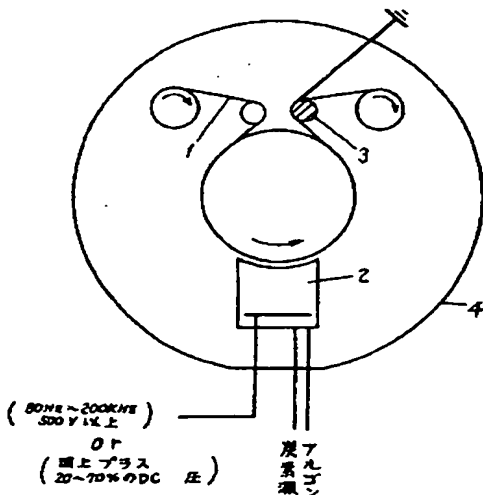
1……薄膜型磁気テープ磁性層側 2……放電管 3……近接ローラ 4、真空槽 5……潤滑剤層 6……ダイヤモンド状炭素膜 7……プラズマ重合膜 8……強磁性金属薄膜 9……突起層 10……基板 11……バックコート。

代理人の氏名 弁理士 小銀治 明 ほか2名

1 -- 薄膜型磁気テープ磁性層側  
2 -- 放電管  
3 -- 近接ローラ  
4 -- 真空槽

第 1 図

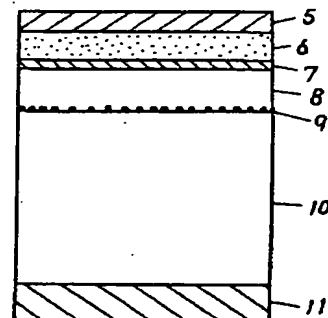
ダイヤモンド状炭素膜製造装置



5 -- 潤滑剤層  
6 -- ダイヤモンド状炭素膜  
7 -- プラズマ重合膜  
8 -- 強磁性金属薄膜  
9 -- 突起層  
10 -- 基板  
11 -- バックコート

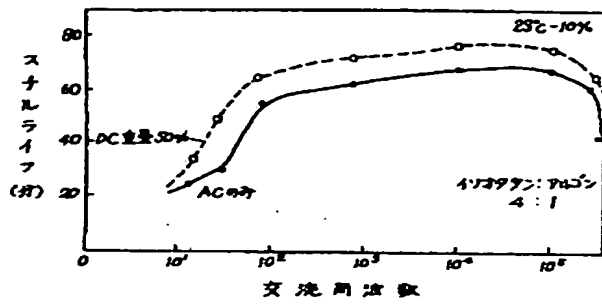
第 2 図

金属薄膜型磁気テープの断面図



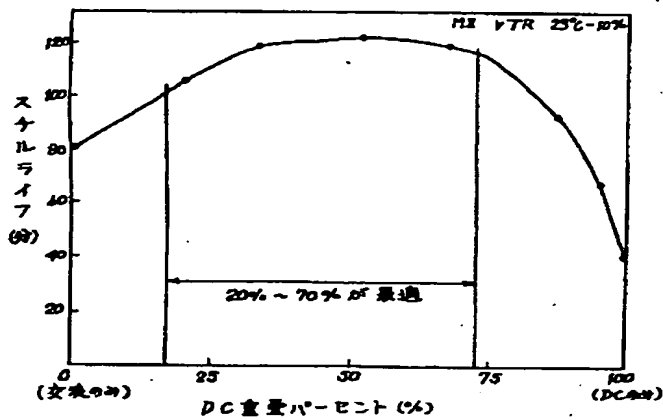
第 3 図

最適周波数



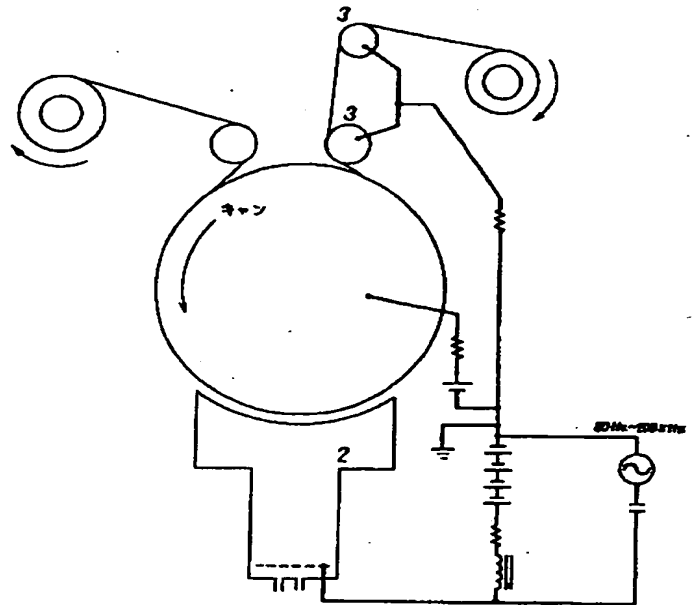
第 4 図

DC重量の最適領域



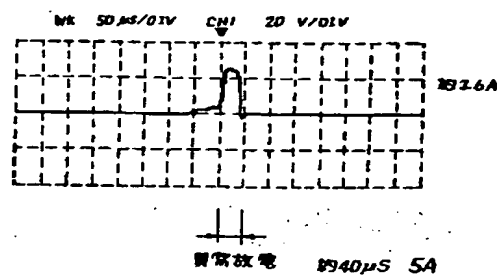
第 5 図

2 --- 磁石管  
3 --- 磁石ローラ



第 6 図

(a)



(b)

